

**KAJIAN KESAN BEBERAPA PARAMETER
TERHADAP PENGELEKTROSADURAN
NIKEL DAN KROMIUM**

OLEH

**DIONG KOK KEONG
NO. MATRIK : 20924**

**Disertasi bagi memenuhi sebahagian
daripada keperluan kursus
KUE 400 - Projek Penyelidikan**

**PUSAT PENGAJIAN SAINS KIMIA
UNIVERSITI SAINS MALAYSIA
PULAU PINANG**

APRIL 1992

PENGHARGAAN

Saya ingin mengambil kesempatan ini merakamkan setinggi-tinggi penghargaan kepada Prof. Madya Dr. Zainal Abidin bin Ahmad, selaku penyelia penyelidikan yang telah banyak memberi bimbingan dan nasihat bagi menjayakan projek penyelidikan ini.

Saya juga ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada En. Chuah dan kak Eliza dari Pusat Pengajian Sains Kimia; En. Muthu dari Pusat Pengajian Sains Kaji-hayat; En. Kahar dari Pusat Pengajian Kejuruteraan Bahan dan Sumber Mineral, Kampus Cawangan Perak di atas segala kerjasama dan bantuan yang diberikan.

Akhir sekali, saya juga mengucapkan ribuan terima kasih kepada rakan serumah saya, khasnya saudara Leong Chee Wing dan saudari Jane Lee yang telah banyak memberi sokongan dan bantuan.

ABSTRAK

Nikel merupakan salah satu logam yang paling penting digunakan dalam bidang pengelektrosaduran. Pada kebiasaannya ia digunakan sebagai suatu saduran cerah di bawah saduran kromium yang lebih nipis bagi tujuan perhiasan serta perlindungan terhadap hakisan.

Kajian ke atas parameter-parameter yang mempengaruhi pengendapan nikel dari rendaman Watts serta pengendapan kromium dari rendaman asid kromik yang mengandungi kalium silikofluorida sebagai mangkin. Ini membolehkan penentuan keadaan optimum pengelektrosaduran dalam skala makmal untuk kedua-dua logam ditentukan.

Dalam kedua-dua kes, faktor-faktor yang dipertimbangkan dalam pemilihan keadaan optimum termasuklah kecantikan rupabentuk hasil endapan serta kecekapan proses tersebut.

Secara amnya, kecekapan arus pengelektrosaduran nikel adalah tinggi (95 % - 100 %). Untuk memperolehi hasil endapan yang mempunyai rupabentuk yang elok, keadaan pengelektrosaduran yang dicadangkan adalah pada ketumpatan arus 1 A dm^{-2} - 2 A dm^{-2} , suhu 30°C - 50°C dan masa penyaduran 10 - 30 minit.

Untuk memperolehi kecekapan arus yang maksimum serta rupabentuk yang elok dalam pengelektrosaduran kromium, keadaan optimum yang dicadangkan adalah pada nisbah mangkin 2.7 %, kepekatan asid kromik 100 gl^{-1} - 200 gl^{-1} , ketumpatan arus 75 A dm^{-2} dan suhu 50°C .

ABSTRACT

Nickel is one of the most important metals used in electrodeposition. The plate is used principally as a bright coating underneath a much thinner chromium electroplate for decorative and corrosion-protective finish.

Investigation of the parameters affecting the laboratory scale deposition of nickel from Watts bath and deposition of chromium from chromic acid containing sodium silicofluorides as catalyst has enabled the optimum conditions for the electrodeposition of both metals.

In both cases, factors influencing the selection of the optimum condition includes quality of appearance and process efficiency.

Generally, current efficiency for Ni electrodeposition is high (95 % - 100 %). To obtain a good appearance for deposition, it is suggested that current density at $1 - 2 \text{ A dm}^{-2}$, temperature at $30 - 50^{\circ}\text{C}$ and plating time of 10 - 30 minutes.

In the case of Cr deposition, in order to obtain maximum current efficiency and good appearance, the optimum condition suggested is at catalyst ratio 2.7 %, chromic acid concentration of $100 - 200 \text{ gl}^{-1}$, current density at 75 A dm^{-2} and temperature at 50°C .

KANDUNGAN**HALAMAN**

<i>TAJUK</i>	<i>I</i>
<i>PENGHARGAAN</i>	<i>II</i>
<i>ABSTRAK</i>	<i>III</i>
<i>ABSTRACT</i>	<i>IV</i>
<i>KANDUNGAN</i>	<i>V</i>
<i>SENARAI JADUAL</i>	<i>IX</i>
<i>SENARAI RAJAH</i>	<i>X</i>

BAB 1 Pengenalan	1
1.1 Pendahuluan	1
1.2 Mekanisme pengelektrosaduran logam	2
1.3 Prinsip-prinsip asas pengelektrosaduran	7
1.4 Hukum Faraday	9
1.5 Komponen-komponen asas pengelektrosaduran	10
1.5.1 Anod	10
1.5.2 Katod	11
1.5.3 Rendaman saduran	12
1.5.3.1 Ion logam	13
1.5.3.2 Larutan elektrolit	13
1.5.4 Agen pengkompleks	14
1.5.5 Bahan tambahan organik	14
1.5.5.1 Pencerah	15
1.5.5.2 Pengaras	15
1.5.5.3 Pengubahsuaian struktur	15

1.5.5.4 Agen pembasah	16
1.6 Parameter-parameter elektrolisis	16
1.6.1 Keupayaan elektrod	16
1.6.2 Jenis elektrod	17
1.6.3 Kepekatan spesies elektrolit	17
1.6.4 Medium elektrolisis	18
1.6.5 Suhu	18
1.6.6 Pemindahan jisim	19
1.7 Sifat-sifat hasil saduran	20
1.7.1 Kebolehlekatan	20
1.7.2 Rupabentuk	20
1.7.3 Kekasaran	21
1.7.4 Keliangan	21
1.7.5 Ketebalan	22
1.7.6 Kekerasan	22
1.7.7 "Pitting"	23
1.8 Pengelektrosaduran nikel	24
1.8.1 Mekanisme pengelektrosaduran nikel	25
1.8.2 Anod	26
1.9 Pengelektrosaduran kromium	26
1.9.1 Mekanisme pengelektrosaduran kromium	29
1.9.2 Anod	34

BAB 2 Eksperimental	37
2.1 Penyediaan substrat	37
2.2 Pengolahan awal substrat	38
2.3 Penyediaan rendaman penyaduran	39
2.3.1 Rendaman Watts	39
2.3.2 Rendaman asid kromik	40
2.4 Proses pengelektrosaduran	40
2.4.1 Pengelektrosaduran nikel	41
2.4.2 Pengelektrosaduran kromium	41
2.5 Pengolahan substrat selepas penyaduran	41
2.6 Kaedah pengujian hasil saduran	42
2.6.1 Kaedah pengujian tebal endapan	42
2.6.2 Kaedah pengujian kekerasan	42
 BAB 3 Keputusan dan perbincangan	 44
3.1 Pendahuluan	44
3.2 Pengelektrosaduran nikel	45
3.2.1 Kesan perubahan ketumpatan arus	46
3.2.2 Kesan perubahan suhu	53
3.2.3 Kesan perubahan masa penyaduran	58
3.3 Pengelektrosaduran kromium	66
3.3.1 Kesan perubahan nisbah mangkin	66
3.3.2 Kesan perubahan kepekatan asid kromik	69
3.3.3 Kesan perubahan ketumpatan arus	72
3.3.4 Kesan perubahan suhu	76

BAB 4 Kesimpulan	79
Rujukan	83
Bibliografi	86
Lampiran A	L 1
Lampiran B	L 8
Lampiran C	L15
Lampiran D	L17
Lampiran E	L20
Lampiran F	L32
Lampiran G	L50

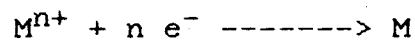
*SENARAI JADUAL**HALAMAN*

3.1	51
3.2	51
3.3	52
3.4	52
3.5	53
3.6	56
3.7	56
3.8	57
3.9	57
3.10	58

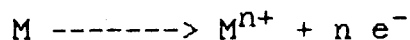
BAB 1 Pengenalan

1.1 Pendahuluan

Pengelektrosaduran merupakan suatu proses untuk mengendap satu lapisan logam ke atas suatu permukaan konduktif secara tindakbalas elektrokimia. Tindakbalas elektrokimia adalah suatu tindakbalas kimia heterogeneous yang melibatkan pemindahan cas antara dua elektrod¹. Tujuan pengelektrosaduran adalah untuk mengubah sifat-sifat sesuatu permukaan supaya mempunyai rupabentuk yang lebih baik, dapat menahan agen kakisan dan hakisan. Objek yang hendak disadur dijadikan sebagai katod di dalam suatu rendaman elektrolit yang mengandungi ion logam, M^{n+} , supaya tindakbalas berlaku pada katod adalah :



Jika diizinkan, tindakbalas pada anod adalah pelarutan logam yang sama :



dan keadaan elektrolisis dikawal supaya kecekapan arus untuk kedua-dua tindakbalas di atas adalah sama. Keadaan ini akan mengekalkan kepekatan M^{n+} di dalam rendaman. Dalam kes yang lain, ion logam ditambah sebagai suatu garam dan suatu anod lengai digunakan; tindakbalas

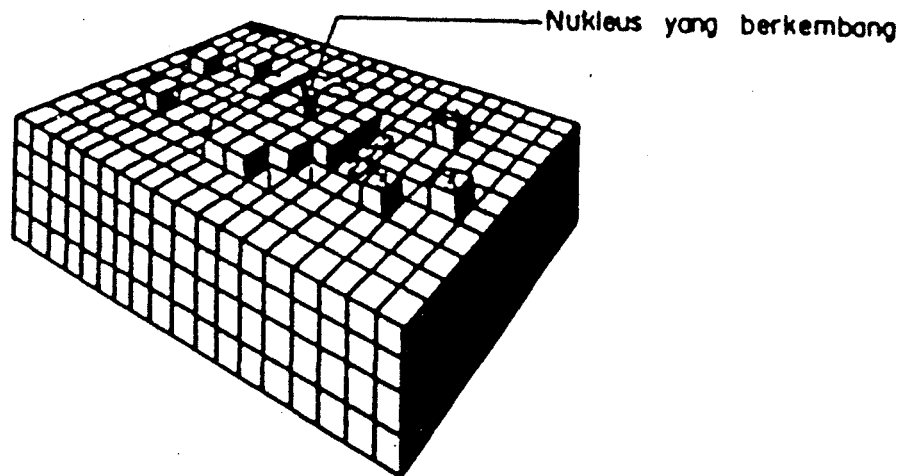
anod yang berlaku ialah penghasilan gas oksigen².

1.2 Mekanisme pengelektrosaduran logam^{3,4}

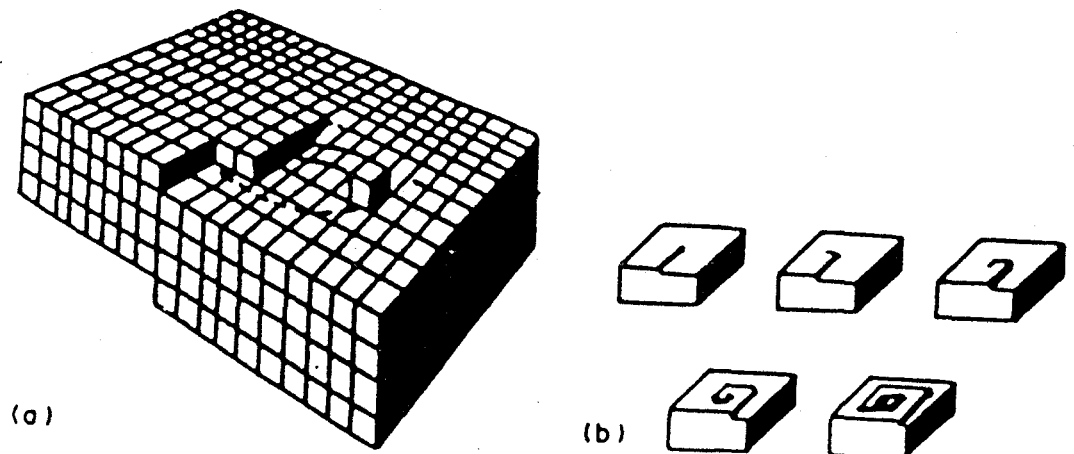
Proses pengelektrosaduran berlaku dalam dua fasa yang berlainan. Pada permulaan suatu proses pengelektrosaduran, pengendapan logam akan terjadi pada permukaan katod, iaitu objek yang hendak disadurkan. Oleh itu langkah pertama adalah pembentukan nukleus-nukleus fasa baru dan seterusnya pertumbuhan mereka kepada hablur dengan ciri-ciri kekisi logam yang dielektrosadurkan. Keduanya, selepas katod tersebut diliputi sepenuhnya dengan beberapa lapisan atom logam, penebalan lapisan kepada lapisan makroskopik akan berlaku. Dari sebutan masa atau cas, proses pengelektrosaduran terdiri hampir kesemuanya dari proses yang kedua tetapi langkah pertama juga adalah penting kerana ia menentukan struktur lapisan primer (faktor-faktor seperti bentuk dan bilangan hablur yang tumbuh) dan seterusnya mempengaruhi struktur untuk saduran akhir serta sifat-sifat saduran tersebut.

Pertumbuhan hablur berlaku dengan gabungan atom logam individu ke dalam kekisi hablur. Atom logam yang baru digabung hanya akan stabil bila ia memasuki kekisi pada tapak di mana ia akan berinteraksi dengan atom-atom

lain yang sedia ada dalam kekisi. Tapak-tapak yang mungkin terdapat dalam suatu kekisi hablur yang sempurna ditunjukkan pada rajah 1.1. Gabungan atom lebih cenderung berlaku pada tapak pintalan (kink site) di mana



Rajah 1.1 : Jenis-jenis tapak atas suatu habluran sempurna : 1, tapak belitan; 2, tapak sisi; 3, adatom.



Rajah 1.2 : Suatu dislokasi skru dan propagasinya kepada suatu bentuk lingkaran.

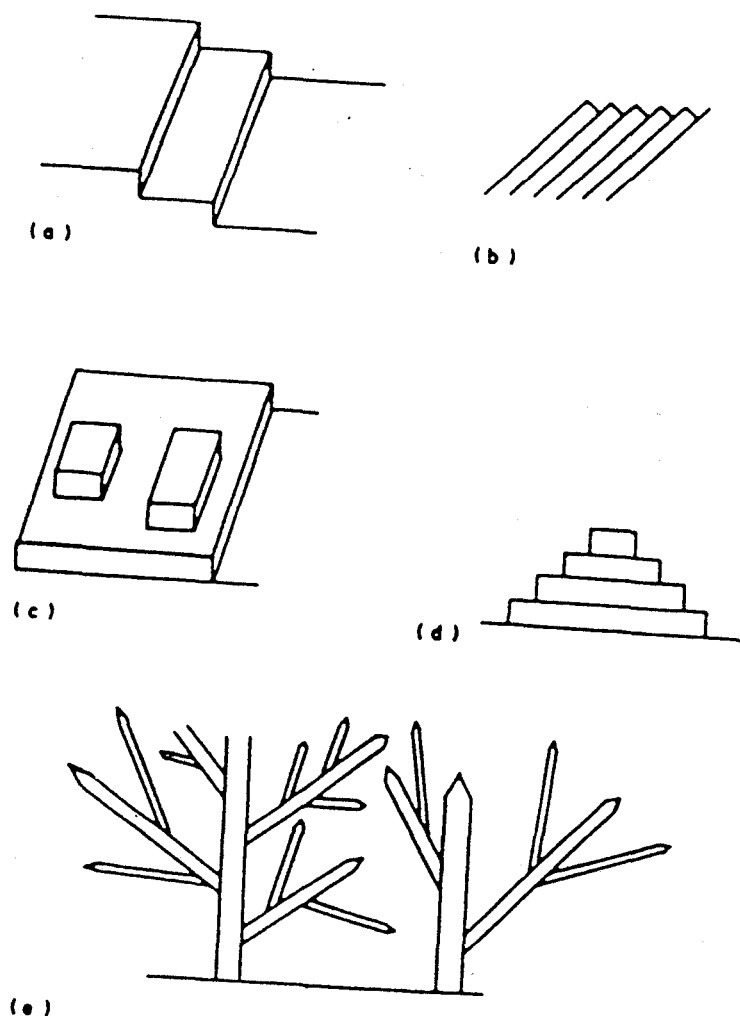
atom akan berinteraksi dengan tiga atom jiran walaupun sebahagian gabungan akan berlaku pada tapak sisi (edge site) yang mempunyai dua jiran. Adatom (satu jiran) adalah mungkin akan larut semula walaupun sebilangan kecil akan bergabung ke dalam nukleus baru. Adalah jelas pertumbuhan fasa pada keseluruhannya terdiri daripada sekurang-kurangnya tiga langkah :

- a) Pengangkutan jisim spesies pembawa-logam kepada permukaan elektrod melalui pembauran, perolakan atau penghijrahan.
- b) Pemindahan elektron untuk membentuk suatu adatom.
- c) pembauran adatom melintasi permukaan kepada posisi dalam kekisi.

Struktur dan lapisan yang tumbuh akan ditentukan oleh kadar relatif proses (b) dan (c) serta ketumpatan arus yang digunakan dalam proses pengelektrosaduran. Pada ketumpatan arus yang rendah, pembauran permukaan adalah lebih cepat dibanding dengan pemindahan elektron dan adatom tersebut berkemungkinan mengakhiri dengan gabungan kepada posisi yang digemari di dalam kekisi. Pada ketumpatan arus yang tinggi, pembauran permukaan tidak lagi cepat berbanding dengan pemindahan elektron dan nukleus-nukleus selanjutnya mesti dibentuk. Oleh itu, lapisan akan menjadi kurang tersusun.

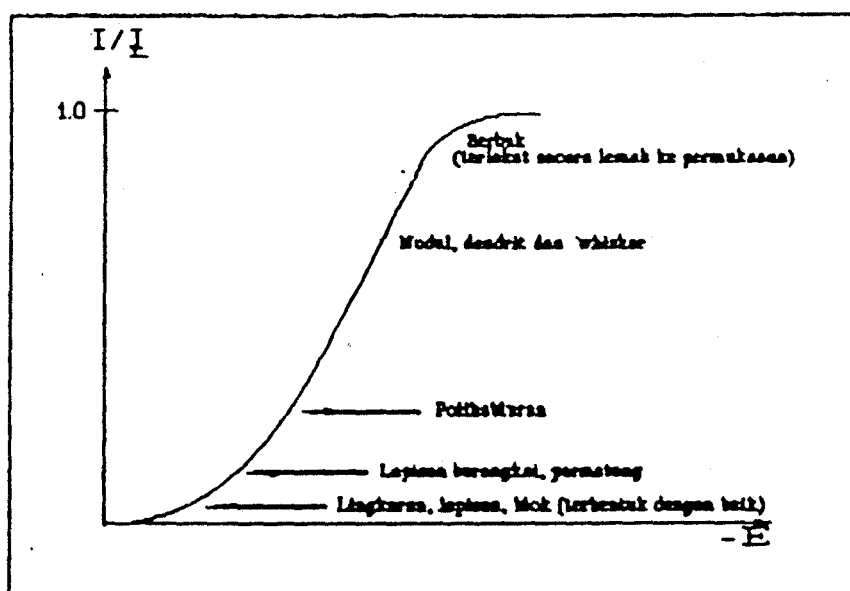
Sekali lagi, ketumpatan arus memainkan satu peranan yang penting semasa langkah penebalan. Pada ketumpatan arus yang rendah, proses pembauran permukaan lebih cepat dibanding dengan pemindahan elektron dan kedua-dua struktur dan kekisi hablur seperti kehelan skru (dislocations screw) akan dibentuk dengan mudah. Kehelan skru merupakan suatu kes ideal di mana adatom mempunyai masa yang cukup untuk membaur ke pinggir dan ini hanya berlaku pada kadar pengendapan yang rendah. Pada kadar pengendapan yang tinggi iaitu ketumpatan arus ditambah, kadar pembauran permukaan adalah kurang berbanding dengan kadar pemindahan elektron (iaitu proses nyahcas) dan adatom tidak lagi sampai posisi keseimbangan di dalam kekisi dan pembentukan kehelan skru tidak akan terjadi lagi.

Hasil saduran kebanyakan berpolihablur (polycrystalline) di mana terdapat banyak ketidaksempurnaan seperti kehelan skru yang ditunjukkan pada rajah 1.2. Kehelan skru membekalkan suatu pinggir yang tidak akan bertumbuh. Malah ia akan berputar di sekitar pusat untuk membentuk suatu piramid. Tambahan pula, pada beza upaya yang semakin menambah, pembentukan nukleus pada pusat pertumbuhan akan lebih sering berlaku. Oleh itu, kekisi yang terbentuk itu akan kurang tersusun dan berbentuk makroskala, iaitu pertumbuhan tangga, perintang dan blok berpolihablur lebih cenderung dibentuk. Suatu perwakilan skematik untuk berbagai bentuk pertum-



Rajah 1.3 : Perwakilan skematik berbagai bentuk pertumbuhan dalam endapan logam : (a) pertumbuhan lapisan, (b) pertumbuhan permatang, (c) pertumbuhan blok, (d) pertumbuhan piramid, dan (e) pertumbuhan dendrit.

buhan dalam endapan logam ditunjukkan pada rajah 1.3. Peningkatan ketumpatan arus yang seterusnya mengakibatkan pertumbuhan keluar lapisan menjadi semakin penting dan masalah yang wujud dari pengawalan pemindahan jisim di dalam larutan akan timbul. Secara amnya, kebergantungan struktur terhadap ketumpatan arus diringkaskan pada rajah 1.4.



Rajah 1.4 : Perubahan bagi ciri-ciri mod pertumbuhan atas ketumpatan arus yang ternormal.

1.3 Prinsip-prinsip asas pengelektrosaduran

Dalam sel elektrokimia, pembawa cas merupakan ion-ion yang terkandung dalam larutan elektrolit. Oleh kerana kepekatan larutan elektrolit adalah pekat, ion-

ion dalam larutan elektrolit tidak akan bertindak secara bebas antara satu sama lain. Tindakan ion-ion ini dihindar oleh penarikan ionik dan pembentukan pasangan ion. Keaktifan ion-ion ini seterusnya akan mempengaruhi proses pembauran, konduktiviti serta keupayaan elektrod⁵. Hubungan antara keaktifan ionik dan keupayaan elektrod diberi oleh persamaan Nernst :

$$E = E_{M^{n+}}^0 + \frac{RT}{nF} \ln a_{M^{n+}}$$

dimana E = Keupayaan elektrod.

$E_{M^{n+}}^0$ = Keupayaan piawai untuk penurunan ion logam M^{n+} .

R = Pemalar gas.

T = Suhu mutlak.

F = Pemalar Faraday.

$a_{M^{n+}}$ = Keaktifan ion logam dalam larutan.

Apabila suatu beza keupayaan dikenakan, terdapat kelebihan elektron pada katod iaitu katod menjadi semakin negatif. Ion M^{n+} akan tertarik kepada katod yang negatif dan bergabung ke dalam kekisi logam tersebut. Pada anod pula, elektron dibebaskan dari logam ke litar luar. Ion pada permukaan anod akan menjadi longgar kerana elektron yang dibebaskan itu bertanggungjawab untuk mengikatkan ion logam ini kepada struktur logam. Secara ringkasnya, dalam tindakbalas elektrokimia, tindakbalas pengoksidaan akan berlaku pada anod dan

sebaliknya tindakbalas penurunan pula berlaku pada katod.

1.4 Hukum Faraday

Dua prinsip utama yang dikemukakan oleh Michael Faraday pada tahun 1833 dalam Hukum Faraday ialah :-

- 1) Berat logam (w) yang terendap pada katod adalah berkadar terus dengan kuantiti elektrik, Q yang melaluinya iaitu,

$$Q = I \times t$$

di mana I = arus.

t = masa.

- ii) Bagi kuantiti elektrik yang sama Q, berat bagi logam yang terendap adalah berkadar terus dengan ekuivalen kimianya dengan andaian kecekapan arus adalah 100 %,

$$W = MIt/ZF$$

di mana M = berat atom logam dengan valensi Z.

F = pemalar Faraday, 96486 C.

Satu Faraday (96486 C) merupakan kuantiti elektrik yang dapat menghasilkan 1 gram ekuivalen logam. Berat gram ekuivalen didapati dengan membahagikan berat atom logam yang diendap dengan valensinya. Sebagai contohnya untuk pengendapan kromium dari keadaan heksavalen,

96,486 coulomb (ampere saat) akan mengendapkan 8.67 gram kromium. Jadi 1 coulomb akan mengendapkan $8.67/96486$ gram kromium. Maka untuk 1 ampere jam,

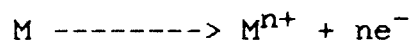
$$\begin{aligned}\text{Berat endapan} &= 8.67/96486 \times 3,600 \\ &= 0.323 \text{ gram kromium.}\end{aligned}$$

1.5 Komponen-komponen asas pengelektrosaduran

Komponen-komponen asas untuk suatu proses pengelektrosaduran terdiri daripada empat bahagian yang berikut: anod, katod, rendaman penyaduran, agen pengkompleks dan bahan tambahan organik.

1.5.1 Anod

Secara amnya, tindakbalas yang berlaku di anod adalah tindakbalas pengoksidaan :



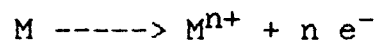
Jika keadaan diizinkan, anod yang digunakan diperbuat daripada logam yang sama seperti yang disadur pada katod dan keadaan dipilih supaya kepekatan ion logam dalam larutan dikekalkan. Ini hanya akan dicapai jika kecekapan arus bagi anod dan katod adalah berpadanan.

Pencapaian suatu anod dianggapkan penting untuk menentukan sama ada sesuatu proses pengelektrosaduran

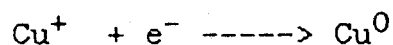
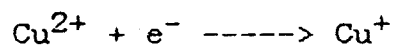
dilakukan dengan berjaya atau tidak. Penggunaan jenis elektrolit serta ketumpatan arus yang sesuai boleh mengelakkan anod dari menjadi pasif.

1.5.2 Katod

Secara amnya, tindakbalas yang berlaku di katod adalah tindakbalas penurunan :



Untuk sesetengah kes, penyahcasan mungkin berlaku menerusi satu keadaan valensi perantaraan⁶. Misalnya Mattsson dan Bockris telah mencadangkan penyahcasan dua langkah bagi kuprum :



Substrat yang ingin disadurkan dijadikan sebagai katod. Untuk memastikan pelekatan substrat yang baik, haruslah terdapat suatu hubungan yang rapat di antara atom-atom bagi kedua-dua bahan. Maka adalah penting untuk memastikan permukaan substrat adalah bebas daripada sebarang pencemaran seperti kotoran, lapisan-lapisan oksida, minyak dan sebagainya. Pada kebiasaannya, pengolahan awal ke atas suatu substrat sebelum ia disa-

durkan menjadi satu amalan yang penting dalam proses penyaduran.

Langkah pertama dalam pencucian adalah penanggalan minyak dan kotoran dengan menggunakan pelarut organik yang sesuai. Selepas itu, pembilasan dan pengolahan dengan larutan alkali dijalankan untuk menyempurnakan pencucian. Komponen-komponen umum untuk larutan alkali adalah natrium hidroksida, natrium karbonat, natrium metasilikat, natrium fosfat, natrium sianat serta sedikit detergen. Pencucian boleh dilakukan sama ada dengan merendamkan substrat ke dalam campuran larutan alkali atau secara semburan. Pengolahan secara elektrokimia semakin popular sebagai suatu kaedah pembersihan di mana substrat yang hendak dibersihkan dijadikan katod atau anod bagi suatu sel elektrokimia dan keadaan dipilih supaya pembebasan gas hidrogen atau oksigen berlaku. Pembebasan gas akan membantu dalam pembersihan substrat.

Selepas pengolahan alkali, substrat dibilas dan kemudian direndamkan dalam asid. Ini menanggalkan sebarang oksida yang terbentuk semasa pembersihan alkali, dan menghasilkan satu permukaan yang lebih sesuai untuk disadur.

1.5.3 Rendaman saduran

Rendaman saduran biasanya suatu campuran garam bagi logam yang disadurkan, elektrolit dan berbagai

jenis bahan tambahan supaya hasil saduran mempunyai sifat dan kualiti yang dihendaki.

1.5.3.1 Ion logam

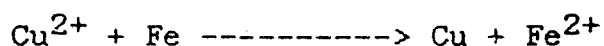
Logam yang disadurkan hadir dalam larutan sama ada dalam bentuk ion terhidrat mudah atau bentuk kompleks tetapi selalunya pada kepekatan yang tinggi, umumnya 1.0 - 3.0 M. Kepekatan yang tinggi ini adalah untuk mengurangkan kesan pengutuban kepekatan pada katod. Pada kebiasaannya, medium yang bukan kompleks digunakan untuk penyaduran cepat atas substrat yang bentuknya ringkas. Sebaliknya, medium yang mengandungi kompleks-kompleks sering digunakan apabila persoalan "throwing power" yang tinggi adalah penting.

1.5.3.2 Larutan elektrolit

Larutan elektrolit juga ditambah dengan kepekatan yang tinggi untuk memberi kekonduktifan yang maksimum kepada rendaman. Selain daripada itu, ia juga memainkan peranan dalam pengawalan pH dan penampunan larutan terutamanya jika pembebasan gas hidrogen dan oksigen berlaku di anod dan katod kerana tindakbalas tersebut cenderung untuk mengubah pH⁷. Penambahan pH akan mengakibatkan penyaduran logam hidroksida atau berkurangnya pembebasan gas hidrogen.

1.5.4 Agen pengkompleks

Agen pengkompleks digunakan untuk menghindarkan tindakbalas kimia secara serta merta di antara katod dan ion logam, sebagai contohnya:



Tindakbalas kimia ini mengakibatkan saduran kuprum sangat kurang. Maka agen pengkompleks ditambah untuk mengubah keupayaan Cu^{2+}/Cu menjadi negatif : relatif kepada Fe/Fe^{2+} ; maka tindakbalas tersebut tidak akan berlaku secara termodinamik.

Agen pengkompeks juga digunakan untuk menambahkan "throwing power" larutan rendaman. Agen pengkompleks yang paling biasa digunakan dalam pengelektrosaduran ialah sianida, hidroksida dan sulfamat. Selain daripada itu, agen pengkompleks juga memainkan peranan dalam pelarutan anod dan menghindarkan anod daripada menjadi pasif⁸.

1.5.5 Bahan tambahan organik

Berbagai jenis bahan tambahan organik telah ditambah ke dalam rendaman penyaduran untuk memodifikasi struktur, morfologi dan sifat-sifat bagi saduran. Di antara bahan-bahan tambahan ini adalah pencerah, pengaras, pengubahsuai struktur, agen pembasah dan lain-lain lagi.

1.5.5.1 Pencerah

Ditambahkan supaya endapan adalah cerah. Kekasaran mikroskopik suatu endapan mestilah rendah berbanding dengan panjang gelombang supaya cahaya yang ditujukan itu dibalikkan dan bukan diserakkan. Pada kebiasaannya, kepekatan pencerah yang digunakan adalah tinggi secara relatif ($g l^{-1}$). Penambahan pencerah menyebabkan pembentukan suatu endapan yang rata, berbijian halus dan dengan itu bertindak melalui pengubahsuaian proses penukleusan⁹.

1.5.5.2 Pengaras

Agen tambahan ini menghasilkan endapan yang sama rata atas skala yang lebih makroskopik. Ia bertindak dengan penjerapan ke atas titik-titik yang jika tidak, akan diendapkan dengan cepat oleh logam. Zat-zat yang terjerap ini juga menurunkan kadar pemindahan elektron.

1.5.5.3 Pengubahsuaian struktur

Agen tambahan ini mengubahsuaian struktur endapan dan orientasi atau jenis kekisi yang diingini. Ada di antaranya digunakan untuk mengoptimumkan sifat-sifat endapan yang tertentu dan yang lainnya menyelaras ketegangan dalam endapan.

1.5.5.4 Agen pembasah

Agen tambahan ini ditambahkan untuk mempercepat pembebasan gelembung gas hidrogen dari permukaan. Fungsi utamanya adalah untuk mengelakkan lubang-lubang dan liang-liang dalam endapan.

1.6 Parameter-parameter elektrolisis

1.6.1 Keupayaan elektrod

Bila suatu logam dicelupkan ke dalam suatu larutan yang mengandungi ionnya, sebahagian daripada atom di permukaan logam dalam kekisi logam menjadi terhidrat dan larut ke dalam larutan. Pada masa yang sama, sebahagian daripada ion dalam larutan akan terikat kepada kekisi dan seterusnya disalurkan. Kadar untuk dua proses yang bertentangan ini dikawal dengan sepenuhnya oleh beza keupayaan yang wujud di antara muka logam-larutan. Keupayaan keseimbangan bergantung kepada suhu dan kepekatan atau keaktifan ion dalam larutan. Beza keupayaan untuk larutan yang mempunyai keaktifan unit pada 25°C dan tekanan 1 atmosfera dirujuk sebagai keupayaan piawai. Keupayaan untuk hidrogen (platinum sebagai elektrod) pada tekanan 1 atmosfera, di dalam suatu larutan ion hidrogen dengan keaktifan unit, pada semua suhu telah dipilih sebagai sifar. Logam aktif seperti Zn mempunyai keupayaan negatif kerana ia lebih sedia untuk melepaskan elektron dan masuk ke dalam larutan ($\text{Zn} \rightarrow \text{Zn}^{2+} + 2\text{e}^{-}$) jika dibanding dengan hidrogen ($\text{H}_2 \rightarrow 2\text{H}^{+}$)

+ $2e^-$). Sebaliknya kuprum yang kurang terlarut dibanding dengan hidrogen mempunyai keupayaan positif. Keupayaan elektrod akan menentukan tindakbalas pemindahan elektron mana yang akan berlaku dan kadar tindakbalas tersebut. Dalam banyak proses, keupayaan elektrod adalah suatu faktor utama dalam pengawalan kecekapan arus serta kualiti saduran¹⁰.

1.6.2 Jenis elektrod

Jenis elektrod yang sesuai untuk kebanyakan proses seharusnya adalah stabil dalam medium elektrolisis dan membenarkan tindakbalas yang diingini berlaku dengan kecekapan arus yang tinggi. Dalam beberapa proses, misalnya dalam pengelektrosaduran nikel, tindakbalas anod adalah pelarutan logam yang sama. Maka tindakbalas tersebut harus berlaku dengan kecekapan arus yang sama seperti yang berlaku pada katod supaya komposisi larutan elektrolit tidak berubah. Selain daripada itu, bentuk elektrod juga dimodifikasikan supaya memenuhi proses-proses tertentu.

1.6.3 Kepekatan spesies elektrolit

Kepekatan spesies elektrolit adalah suatu parameter utama yang menentukan ketumpatan arus maksimum yang dapat digunakan. Secara amnya, nad ketumpatan arus ini

berkadar terus dengan kepekatan dan oleh sebab itu, kebanyakan sistem akan menggunakan kepekatan spesies yang sebesar mungkin.

1.6.4 Medium elektrolisis

Sifat-sifat untuk medium elektrolisis akan ditentukan oleh pilihan pelarut, elektrolit, pH, agen pengkompleks dan lain-lain lagi. Walaupun nampaknya penyelidikan ke atas penggunaan pelarut bukan akues (seperti asetonitril, dimetilformaldehid dan propilena karbonat) semakin banyak, air masih digunakan sebagai pelarut yang utama kerana kekonduktifan pelarut bukan akues yang rendah¹¹.

1.6.5 Suhu

Suhu merupakan suatu parameter yang sering dikaji dalam penyelidikan pengelektrosaduran. Pada kebiasaannya, suhu di atas ambien digunakan kerana keuntungan dari segi kesan kinetik. Selain daripada itu, koefisien pembauran, pertukaran ketumpatan arus serta kadar tindakbalas kimia turut bertambah pada suhu yang tinggi.

Namun demikian, faktor-faktor lain harus dipertimbangkan dalam pemilihan suhu pengoperasian. Di antara

ranya seperti penggunaan pencerah yang bertambah pada suhu yang tinggi, pengaruh suhu ke atas kecekapan katod, kesensitifan endapan terhadap pembakaran, pembentukan bintil-bintil dan lain-lain lagi.

1.6.6 Pemindahan jisim

Dua proses beroperasi untuk membekalkan ion logam yang semakin berkurangan pada kawasan yang berhampiran katod dan memindahkan ion logam dari kawasan yang kaya dengannya (kawasan berhampiran anod). Dua proses itu ialah perolakan dan pembauran.

Perolakan adalah satu bentuk pindahan jisim yang dicirikan dengan pergerakan sebahagian besar kuantiti larutan relatif kepada elektrod¹². Terdapat dua jenis perolakan iaitu perolakan asli dan perolakan termal. Perolakan asli disebabkan terdapatnya kecerunan ketumpatan elektrolit. Perolakan termal pula disebabkan terdapatnya kecerunan haba dalam larutan elektrolit.

Pembauran merujuk kepada pergerakan ion atau molekul neutral dalam larutan elektrolit hasil daripada kecerunan kepekatan¹³. Pada kawasan yang mendekati elektrod di mana kepekatan suatu spesies berbeza dengan kepekatan pukalnya dikenali sebagai lapisan pembauran.

1.7 Sifat-sifat hasil saduran

1.7.1 Kebolehlekatan

Ini merupakan suatu ukuran darjah kekuatan ikatan pada interfasa di antara endapan dan logam dasar. Secara umumnya, pelekatan kepada permukaan yang berminyak dan teroksida adalah lemah. Masalah pelekatan yang lemah dapat diatasi dengan penyaduran suatu lapisan perantaraan di antara substrat dengan lapisan terakhir atau dengan kaedah pengaktifan yang khas¹⁴. Kebolehlekatan yang lemah disebabkan oleh faktor-faktor¹⁵ berikut :

- i) Permukaan substrat yang tercemar dengan lapisan teroksida, minyak dan lain-lain lagi akibat dari pembersihan yang tidak sempurna.
- ii) Lapisan yang lemah dalam substrat.
- iii) Pembentukan lapisan kecacatan awal bagi saduran yang cacat.

1.7.2 Rupabentuk

Ia merupakan sifat-sifat yang agak subjektif yang berhubung dengan warna, pembalikan, kelicinan, struktur dan keseragaman. Rupabentuk biasanya tidak kritikal untuk kegunaan yang bukan perhiasan. Namun demikian,

rupabentuk yang tak teratur menunjukkan proses pengelektrosaduran yang tidak beroperasi pada julat yang dicadangkan.

Bila pengelektrosaduran dijalankan pada ketumpatan arus yang terlalu tinggi, berdekatan dengan arus penghadan pembauran, endapan hitam yang terbakar akan diperolehi¹⁶. Apabila ketumpatan arus adalah terlalu rendah, endapan yang pudar dan kesat (coarse) akan diperolehi. Ini mungkin disebabkan oleh pertumbuhan hablur dari penukleusan yang tidak teratur¹⁷.

1.7.3 Kekasaran

Kelicinan endapan paling digemari kerana ia berkilat dan memantul, kurang mudah terkena hakisan dan haus, lebih padat dan kurang berliang. Kekasaran permukaan boleh diukur menerusi pengukuran keterpantulan, penyerakan cahaya atau pengukuran luas permukaan¹⁸. Mikroskop imbasan elektron (SEM) membolehkan pemandangan tiga dimensi ke atas kekasaran permukaan, dengan julat magnifikasi yang luas. Kekasaran sesuatu endapan boleh berbeza dengan berbagai bentuk : serbuk, habluran; dendritik, span atau berbentuk jarum.

1.7.4 Keliangan

Lapisan yang disadur untuk perlindungan kakisan haruslah bebas dari liang. Pada umumnya, liang pada

lapisan yang disadur adalah lurus (straight) dan berbentuk kon. Endapan yang tebal mempunyai kurang liang yang terdedah.

Keliangan berlaku disebabkan kecacatan substrat. Antara kecacatan substrat yang biasa dijumpai ialah kotoran, bintik teroksida dan kawasan yang tidak dibasahi. Keliangan dapat diminimumkan dengan pencucian substrat yang berkesan. Pada masa sekarang, penggunaan pengelektrosaduran emas dalam industri elektronik memerlukan saduran yang bebas daripada liang.

1.7.5 Ketebalan

Ketebalan saduran yang diperlukan bergantung kepada jenis penggunaannya. Pada masa kini, saduran nipis yang berkualiti tinggi lebih dicenderung disebabkan kos penyaduran yang semakin tinggi. Kualiti sesuatu saduran lebih mempengaruhi pencapaian saduran tersebut jika dibanding dengan ketebalan saduran. Parameter yang paling kritikal berhubungan dengan ketebalan saduran ialah keseragaman ketebalan.

1.7.6 Kekerasan

Keperluan untuk kekerasan bagi saduran adalah berlainan. Logam tulen yang tersadur selalunya lebih

lembut dibanding dengan logam yang disadur bersama dengan sedikit bendasing. Kekerasan merupakan suatu ukuran ketahanan sesuatu bahan terhadap perubahan bentuk, cakaran, haus dan lain-lain. Kekerasan saduran bertambah melalui penghalusan bijian (grain refinement). Ia juga merupakan suatu fungsi bagi parameter penyaduran. Pada kebiasaannya ketumpatan arus yang tinggi dan suhu yang rendah membawa kepada peningkatan kekerasan¹⁹. Dalam beberapa kes di mana kekerasan saduran dapat ditingkat oleh pengolahan haba, tetapi fenomena ini lebih penting dalam kes saduran "electroless" nikel fosforus atau aloi nikel boron.

1.6.7 "Pitting"

"Pitting" adalah suatu proses yang menyebabkan penambahan arus dalam kawasan pasif dan mengakibatkan pemusnahan yang menyeluruh bagi lapisan pasif. Kelebihan ion hidrogen yang ternyahcas akan menghasilkan plat yang "pitted" disebabkan oleh pembentukan gelembung gas hidrogen yang perlahan dan berpaut (clinging) kepada endapan pada katod yang sedang menumbuh. Kejadian ini dapat dikurangkan dengan mengurangkan ketegangan permukaan larutan elektrolit secara penambahan agen pembasah supaya gelembung gas hidrogen adalah lebih senang dipisahkan.

1.8 Pengelektrosaduran nikel

Nikel adalah salah satu logam yang paling penting dalam bidang pengelektrosaduran. Ia biasa diguna sebagai saduran cerah di bawah saduran kromium yang lebih tebal bagi membekalkan permukaan yang berkilau dan perlindungan terhadap kakisan. Penyaduran nikel juga digunakan bersendirian dalam industri untuk melindungi produk daripada dicemarkan. Pengenalan rendaman Watts telah membuka jalan untuk penyaduran cepat nikel pada suhu tinggi dengan kecekapan anod dan katod yang tinggi. Komposisi dalam rendaman Watts diberikan berikut:

$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	240 - 340 gl^{-1}
$\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	30 - 60 gl^{-1}
H_3BO_3	30 - 40 gl^{-1}

Nikel sulfat merupakan komposisi utama dalam rendaman Watts; ia selalu diguna sebagai sumber utama bagi ion nikel kerana ia sedia terlarut, murah dan senang diperolehi. Kehadiran ion klorida dari nikel klorida menimbulkan dua kesan yang utama. Pertamanya ia membantu pelarutan anod dan keduanya, ia menambahkan koefisien pembauran ion nikel dan seterusnya membenarkan penggunaan had ketumpatan arus yang lebih tinggi²⁰. Asid borik pula digunakan sebagai agen penampan di dalam rendaman Watts supaya pH pada katod dapat dikawal.